

DIN EN ISO/ASTM 52928



ICS 25.030

Einsprüche bis 2023-01-18

Entwurf

**Additive Fertigung von Metallen –
Ausgangsmaterialien –
Steuerung des Lebenszyklus von Pulvern (ISO/ASTM DIS 52928:2022);
Deutsche und Englische Fassung prEN ISO/ASTM 52928:2022**

Additive manufacturing of metal –
Feedstock materials –
Powder life cycle management (ISO/ASTM DIS 52928:2022);
German and English version prEN ISO/ASTM 52928:2022

Fabrication additive –
Matières premières –
Gestion du cycle de vie de la poudre (ISO/ASTM DIS 52928:2022);
Version allemande et anglaise prEN ISO/ASTM 52928:2022

Anwendungswarnvermerk

Dieser Norm-Entwurf mit Erscheinungsdatum 2022-11-18 wird der Öffentlichkeit zur Prüfung und Stellungnahme vorgelegt.

Weil die beabsichtigte Norm von der vorliegenden Fassung abweichen kann, ist die Anwendung dieses Entwurfs besonders zu vereinbaren.

Stellungnahmen werden erbeten

- vorzugsweise online im Norm-Entwurfs-Portal von DIN unter www.din.de/go/entwuerfe bzw. für Norm-Entwürfe der DKE auch im Norm-Entwurfs-Portal der DKE unter www.entwuerfe.normenbibliothek.de, sofern dort wiedergegeben;
- oder als Datei per E-Mail an nwt@din.de möglichst in Form einer Tabelle. Die Vorlage dieser Tabelle kann im Internet unter www.din.de/go/stellungnahmen-norm-entwuerfe oder für Stellungnahmen zu Norm-Entwürfen der DKE unter www.dke.de/stellungnahme abgerufen werden;
- oder in Papierform an den DIN-Normenausschuss Werkstofftechnologie (NWT), 10772 Berlin oder Am DIN-Platz, Burggrafenstr. 6, 10787 Berlin.

Die Empfänger dieses Norm-Entwurfs werden gebeten, mit ihren Kommentaren jegliche relevanten Patentrechte, die sie kennen, mitzuteilen und unterstützende Dokumentationen zur Verfügung zu stellen.

Gesamtumfang 63 Seiten

DIN-Normenausschuss Werkstofftechnologie (NWT)

Nationales Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO ASTM 52928:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 261 „Additive manufacturing“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 438 „Additive Fertigungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR (Frankreich) gehalten wird.

Das zuständige nationale Normungsgremium ist der Arbeitsausschuss NA 145-04-01 AA „Additive Fertigung — Querschnittsthemen/Digitalisierung“ im DIN-Normenausschuss Werkstofftechnologie (NWT).

Um Zweifelsfälle in der Übersetzung auszuschließen, ist die englische Originalfassung beigelegt. Die Nutzungsbedingungen für den deutschen Text des Norm-Entwurfes gelten gleichermaßen auch für den englischen Text.

Für die in diesem Dokument zitierten Dokumente wird im Folgenden auf die entsprechenden deutschen Dokumente hingewiesen:

ISO 3923-1	siehe	DIN EN ISO 3923-1
ISO 3923-2	siehe	DIN ISO 3923-2
ISO 3953	siehe	DIN EN ISO 3953
ISO 3954	siehe	DIN EN ISO 3954
ISO 4490	siehe	DIN EN ISO 4490
ISO 4497	siehe	DIN EN ISO 4497
ISO 9277	siehe	DIN ISO 9277
ISO 13517	siehe	DIN EN ISO 13517
ISO 17296-3	siehe	DIN EN ISO 17296-3
ISO/ASTM 52900	siehe	DIN EN ISO/ASTM 52900
ISO/ASTM 52907	siehe	DIN EN ISO/ASTM 52907
ISO/ASTM 52925	siehe	DIN EN ISO/ASTM 52925

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN EN ISO 3923-1, *Metallpulver — Ermittlung der Füllichte — Teil 1: Trichterverfahren*

DIN EN ISO 3953, *Metallpulver — Bestimmung der Klopfdichte*

DIN EN ISO 3954, *Pulver für die Pulvermetallurgie — Probenahme*

DIN EN ISO 4490, *Metallpulver — Bestimmung der Durchflussrate mit Hilfe eines kalibrierten Trichters (Hall flowmeter)*

DIN EN ISO 4497, *Metallpulver — Bestimmung der Teilchengröße durch Trockensiebung*

DIN EN ISO 13517, *Metallpulver — Ermittlung der Durchflussrate mit Hilfe eines kalibrierten Trichters (Gustavsson-Flowmeter)*

DIN EN ISO 17296-3, *Additive Fertigung — Grundlagen — Teil 3: Haupteigenschaften und entsprechende Prüfverfahren*

DIN EN ISO/ASTM 52900, *Additive Fertigung — Grundlagen — Terminologie*

DIN EN ISO/ASTM 52907, *Additive Fertigung — Ausgangswerkstoffe — Verfahren zur Charakterisierung von Metallpulvern*

DIN EN ISO/ASTM 52925, *Additive Fertigung von Polymeren — Qualifizierungsgrundsätze — Klassifizierung von Teileigenschaften*

DIN ISO 3923-2, *Metallpulver; Ermittlung der Füllichte; Scott-Volumeter-Verfahren*

DIN ISO 9277, *Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Festkörpern mittels Gasadsorption — BET-Verfahren*

– *Entwurf* –

E DIN EN ISO/ASTM 52928:2022-12

– Leerseite –

Additive Fertigung von Metallen – Ausgangsmaterialien – Steuerung des Lebenszyklus von Pulvern (ISO/ASTM DIS 52928:2022)

Additive manufacturing of metal – Feedstock materials – Powder life cycle management (ISO/ASTM DIS 52928:2022)

Fabrication additive – Matières premières – Gestion du cycle de vie de la poudre (ISO/ASTM DIS 52928:2022)

Inhalt

	Seite
Europäisches Vorwort	4
Vorwort	5
Einleitung	6
1 Anwendungsbereich	7
2 Normative Verweisungen	7
3 Begriffe	7
4 Symbole und Abkürzungen	8
5 Pulvereigenschaften	8
5.1 Allgemeines	8
5.2 Partikelgrößenverteilung	9
5.2.1 Allgemeines	9
5.2.2 Dynamische Bildanalyse	10
5.2.3 Laserbeugung	10
5.2.4 Trockensieben	10
5.2.5 Bilder durch Licht- oder Rasterelektronenmikroskopie (SEM, en: scanning electron microscopy)	10
5.3 Chemische Zusammensetzung	11
5.3.1 Allgemeines	11
5.3.2 Verbrennungsverfahren	12
5.3.3 Flammen-AAS	12
5.3.4 Röntgenfluoreszenzspektroskopie (XRF, en: X-ray fluorescence spectroscopy)	12
5.3.5 Induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES, en: inductively coupled plasma optical emission spectrometry)	12
5.3.6 Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX, en: energy dispersive X-Ray spectroscopy)	13
5.4 Charakteristische Dichten	13
5.4.1 Allgemeines	13
5.4.2 Fülldichte	13
5.4.3 Klopfdichte	13
5.4.4 (Effektive) Skelettdichte	13
5.4.5 Packverhalten	14
5.5 Bestimmung der Pulverdichte (geschlossene Porosität von Partikeln)	14
5.5.1 Allgemeines	14
5.5.2 Gaspyknometrie	14
5.5.3 Metallographische Schliffe mit Porositätsanalyse	14
5.6 Füll- und Klopfdichte	15
5.6.1 Klopfdichte	15
5.6.2 Fülldichte	15
5.7 Morphologie	15
5.7.1 Allgemeines	15
5.7.2 Dynamische Bildanalyse	17
5.7.3 Rasterelektronenmikroskopie-Bilder (SEM)	18
5.7.4 Lichtmikroskopie-Bilder	18
5.7.5 Bestimmung der spezifischen Oberfläche	18
5.8 Fließverhalten	18
5.8.1 Allgemeines	18
5.8.2 Bestimmung des Volumenstroms	19
5.8.3 Messung des Schüttwinkels	19
5.8.4 Ringscherprüfverfahren	19
5.8.5 Drehender Pulverzylinder mit dynamischer Bildanalyse	19
5.8.6 Pulverrotations-Rheometer	19

5.8.7	Hausnerzahl (Verhältnis zwischen Klopfdichte und Schüttdichte)	20
5.9	Verunreinigung	20
5.9.1	Feuchtegehalt	20
5.9.2	Verunreinigungen	21
5.9.3	Sauerstoff-/Wasserstoff Gehalt	21
5.9.4	Stickstoffgehalt	21
5.10	Absorptionsrate von Pulver	21
5.10.1	Allgemeines	21
5.10.2	Infrarot-Fouriertransformation mit diffusem Reflexionsgrad (DRIFTS)	22
6	Lebensdauer von Pulver	22
6.1	Anforderungen an Chargen	22
6.1.1	Allgemeines	22
6.1.2	Spezifikation	22
6.1.3	Charge	22
6.1.4	Mischung	22
6.1.5	Pulvergemisch	22
6.1.6	Kombination	22
6.1.7	Wiederverwendungs-Messgröße	23
6.2	Rückverfolgbarkeit	23
6.2.1	Ereignishistorie	23
6.2.2	Pulverzustand	23
6.2.3	Kennzeichnung	24
6.3	Handhabung	24
6.3.1	Lagerung	24
6.3.2	Transfer	25
6.3.3	Umpacken	25
6.4	Recycling/Wiederverwendung von Ausgangsmaterial	25
6.5	Entsorgung	26
7	Pulver-Qualitätssicherung	26
7.1	Anforderungen an die Dokumentation	26
7.2	Probenahme	26
7.2.1	Allgemeine Bemerkungen	26
7.2.2	Charakterisierung von Neupulver und Pulvergemischen	28
7.2.3	Charakterisierung von gebrauchtem Pulver	28
7.3	Prüfverfahren für die Pulveranalyse	28
7.4	Überwachung und Kontrolle der Umgebung	29
7.5	Prüfhäufigkeit	29
7.6	Analysezertifikat (CoA)	29
	Literaturhinweise	30

Bilder

Bild 1 — Partikelgrößenverteilungsdiagramme	9
Bild 2 — Verhalten von Schweißspritzern während des Aufbaus und Einfluss auf die chemische Zusammensetzung	11
Bild 3 — Partikelformen und Satelliten	17
Bild 4 — Probenahmeschema (Quelle: ISO 3954)	27

Tabellen

Tabelle 1 — Indizes, Verhältnisse und Verfahren für die Angabe des Packverhaltens	14
Tabelle 2 — Partikelform-Parameter	15
Tabelle 3 — Aufteilungsplan	28

Europäisches Vorwort

Dieses Dokument (prEN ISO/ASTM 52928:2022) wurde vom Technischen Komitee ISO/TC 261 „Additive manufacturing“ in Zusammenarbeit mit dem Technischen Komitee CEN/TC 438 „Additive Fertigungsverfahren“ erarbeitet, dessen Sekretariat von AFNOR gehalten wird.

Dieses Dokument ist derzeit zur parallelen Umfrage vorgelegt.

Rückmeldungen oder Fragen zu diesem Dokument sollten an das jeweilige nationale Normungsinstitut des Anwenders gerichtet werden. Eine vollständige Liste dieser Institute ist auf den Internetseiten von CEN abrufbar.

Anerkennungsnotiz

Der Text von ISO/ASTM DIS 52928:2022 wurde von CEN als prEN ISO/ASTM 52928:2022 ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

Vorwort

ISO (die Internationale Organisation für Normung) ist eine weltweite Vereinigung nationaler Normungsinstitute (ISO-Mitgliedsorganisationen). Die Erstellung von Internationalen Normen wird üblicherweise von Technischen Komitees von ISO durchgeführt. Jede Mitgliedsorganisation, die Interesse an einem Thema hat, für welches ein Technisches Komitee gegründet wurde, hat das Recht, in diesem Komitee vertreten zu sein. Internationale staatliche und nichtstaatliche Organisationen, die in engem Kontakt mit ISO stehen, nehmen ebenfalls an der Arbeit teil. ISO arbeitet bei allen elektrotechnischen Normungsthemen eng mit der Internationalen Elektrotechnischen Kommission (IEC) zusammen.

Die Verfahren, die bei der Entwicklung dieses Dokuments angewendet wurden und die für die weitere Pflege vorgesehen sind, werden in den ISO/IEC-Direktiven, Teil 1 beschrieben. Es sollten insbesondere die unterschiedlichen Annahmekriterien für die verschiedenen ISO-Dokumentenarten beachtet werden. Dieses Dokument wurde in Übereinstimmung mit den Gestaltungsregeln der ISO/IEC-Direktiven, Teil 2 erarbeitet (siehe www.iso.org/directives).

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. ISO ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren. Details zu allen während der Entwicklung des Dokuments identifizierten Patentrechten finden sich in der Einleitung und/oder in der ISO-Liste der erhaltenen Patenterklärungen (siehe www.iso.org/patents).

Jeder in diesem Dokument verwendete Handelsname dient nur zur Unterrichtung der Anwender und bedeutet keine Anerkennung.

Für eine Erläuterung des freiwilligen Charakters von Normen, der Bedeutung ISO-spezifischer Begriffe und Ausdrücke in Bezug auf Konformitätsbewertungen sowie Informationen darüber, wie ISO die Grundsätze der Welthandelsorganisation (WTO, en: World Trade Organization) hinsichtlich technischer Handelshemmnisse (TBT, en: Technical Barriers to Trade) berücksichtigt, siehe www.iso.org/iso/foreword.html.

Das für dieses Dokument verantwortliche Komitee ist ISO/TC 261, Additive Manufacturing, in Zusammenarbeit mit dem ASTM-Komitee F42, Additive Manufacturing Technologies, auf der Grundlage eines Partnerschaftsvertrags zwischen ISO und ASTM International mit dem Ziel, einen gemeinsamen Satz von ISO/ASTM-Normen zur Additiven Fertigung zu schaffen.

Hierbei handelt es sich um die erste Ausgabe dieses Dokuments.

Einleitung

Metallpulver sind das Ausgangsmaterial für zahlreiche additive Fertigungsprozesse. Die Spezifikationen und die Qualität des Metallpulver-Ausgangsmaterials sind direkt mit der Qualität und Leistung der durch additive Fertigung (AM, en: additive manufacturing) hergestellten Komponenten verbunden.

Während ihrer Nutzung in der additiven Fertigung sowie Lagerung und Handhabung können Pulver verschiedenen qualitätsrelevanten Einflussfaktoren unterliegen.

Diese können Folgendes umfassen:

- Kreuzkontamination und Verunreinigungen;
- Veränderungen der Partikelgrößenverteilung;
- Reaktionen mit Umgebungsgasen;
- Veränderungen des Feuchtegehalts des Pulvers;
- Veränderungen der Flusseigenschaften;
- Veränderungen der Partikelmorphologie;
- Absorption von Schweißrauch und Schweißspritzern;
- Veränderungen der chemischen Zusammensetzung aufgrund selektiver Verdampfung einzelner Legierungselemente.

Die Qualitätssicherung des Pulvermaterials über die gesamte Lebensdauer vom Wareneingang über die Lagerung und Handhabung bis zur Wiederverwendung und Entsorgung ist daher in jeder relevanten Industrie für qualifizierte additive Fertigungsprozesse entscheidend.

Ziel dieser Norm ist es, das Bewusstsein für Aspekte der Pulverqualität zu wecken und Maßnahmen und Verfahren für die Qualitätssicherung, die Chargenkennzeichnung und die Rückverfolgbarkeit von Pulvermaterialien zu beschreiben. Die vorgeschlagenen Maßnahmen sind aus den anerkannten Praktiken der Prozessindustrie abgeleitet. Hierbei liegt der Schwerpunkt darin, wie oft und in welchen Phasen der Prozesskette bestimmte Eigenschaften dokumentiert werden müssen.

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt Anforderungen fest und beschreibt Aspekte, die das Lebensdauermanagement von Metall-Ausgangsmaterialien für pulverbasierte additive Fertigungsprozesse betreffen. Diese Aspekte umfassen:

- Pulvereigenschaften;
- Pulver-Lebensdauer;
- Prüfverfahren;
- Pulver-Qualitätssicherung.

ANMERKUNG Dieses Dokument kann von Herstellern von Metallpulvern, Käufern von Pulver-Ausgangsmaterial für die additive Fertigung, Verantwortlichen für die Qualitätssicherung additiv gefertigter Teile und Lieferanten von Mess- und Prüfeinrichtungen für die Charakterisierung von Metallpulvern für den Gebrauch in pulverbasierten additiven Fertigungsprozessen verwendet werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

ISO/ASTM 52900, *Additive manufacturing — General principles — Fundamentals and vocabulary*

ISO 3953, *Metallic powders — Determination of tap density*

ISO 9277, *Determination of the specific surface area of solids by gas adsorption — BET method*

ISO 12154, *Determination of density by volumetric displacement — Skeleton density by gas pycnometry*

EN 10204, *Metallische Erzeugnisse — Arten von Prüfbescheinigungen*

ASTM B 527, *Standard Test Method for Tap Density of Metal Powders and Compounds*

ASTM B 923, *Standard Test Method for Metal Powder Skeletal Density by Helium or Nitrogen Pycnometry*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach ISO/ASTM 52900 und die folgenden Begriffe.

ISO und IEC stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- ISO Online Browsing Platform: verfügbar unter <https://www.iso.org/obp>
- IEC Electropedia: verfügbar unter <https://www.electropedia.org/>

3.1 aufteilen

Vorgang des physischen oder systematischen Aufteilens einer Charge in ein oder mehrere Pulvervolumen

Anmerkung 1 zum Begriff: Es ist möglich, dass eine solche Handlung ausgeführt wird, um zwischen Pulvervolumen zu unterscheiden, die für einzelne Maschinen verwendet werden, aber aus einer einzigen großen Charge stammen.

3.2

Teilcharge

Pulvermenge, die aus einer größeren Charge aufgeteilt wurde

Anmerkung 1 zum Begriff: Eine Teilcharge kann auch als neue Einzelcharge bezeichnet werden.

3.3

kombinieren

zwei oder mehr Chargen mit denselben Nennspezifikationen werden im selben Behälter oder AM-System ohne Mischen zusammengeführt

BEISPIEL Ein Aufgabetrichter für Ausgangsmaterial an einer AM-Maschine wird mit Pulver aufgefüllt, während ein bestehendes Pulvervolumen in dem Aufgabetrichter bleibt.

3.4

Wiederverwendungs-Messgröße

quantitative Messgröße für die Exposition oder Nutzung einer Pulvercharge in einem AM-Prozess

Anmerkung 1 zum Begriff: Dies kann iterativ ausgedrückt werden, z. B. als Anzahl von Aufbauten oder Expositionen, oder mit einer kontinuierlichen Skala wie der gesamten Lasere xpositionsdauer (Laserbetriebszeit) oder der gesamten einwirkenden Energie.

4 Symbole und Abkürzungen

In dieser Richtlinie werden die nachfolgend aufgeführten Formelzeichen verwendet:

Symbol	Bedeutung	Einheit
D_{v10}	10%-Quantil der Partikelgröße bezogen auf das Probenvolumen	μm
D_{v50}	50%-Quantil der Partikelgröße bezogen auf das Probenvolumen	μm
D_{v90}	90%-Quantil der Partikelgröße bezogen auf das Probenvolumen	μm
H_R	Hausnerzahl	—
V_∞	Schüttvolumen	ml
V_0	Stampfvolumen	ml
ρ_∞	Schüttdichte	g/ml
ρ_0	Klopfichte	g/ml

5 Pulvereigenschaften

5.1 Allgemeines

Pulvereigenschaften sind für den Fertigungsprozess und die Qualität des geformten Materials in dem Endprodukt von wesentlicher Bedeutung. Um die Wiederholpräzision des Prozesses und die Qualität und Konsistenz der hergestellten Produkte zu unterstützen, müssen bestimmte Pulvereigenschaften während des Wareneingangs und der Wiederverwendung des Ausgangsmaterials gemessen und überwacht werden.

Die folgenden Unterabschnitte enthalten weitere Informationen zu diesen Eigenschaften und ihren Auswirkungen auf den AM-Prozess und das Endprodukt. Messverfahren für jede Eigenschaft sind in jedem Unterabschnitt angegeben.

Für alle in den folgenden Unterabschnitten behandelten Parameter müssen die Eigenschaften durch Untersuchung einer repräsentativen Probe des Pulvers bestimmt werden, um seine Homogenität bei einer Aufteilung sicherzustellen. Siehe 7.2 für ausführliche Angaben zur Probenahmeverfahren.

Um eine Kreuzkontamination des Pulvers zu vermeiden, sollten Verfahren zur Sicherstellung der Sauberkeit der Ausrüstung vor der Probenahme einbezogen werden.

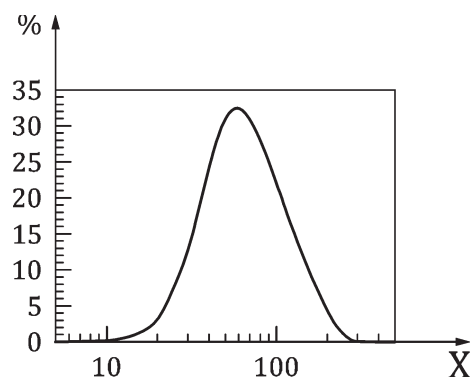
5.2 Partikelgrößenverteilung

5.2.1 Allgemeines

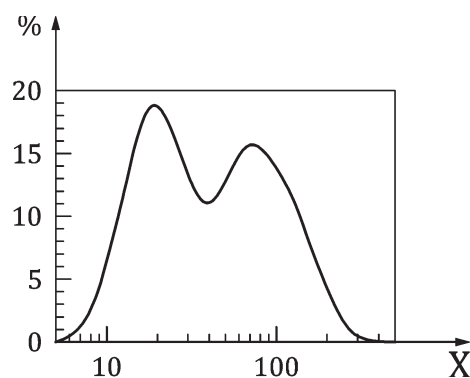
Die Partikelgrößenverteilung eines Pulvers besteht aus einer Reihe von Kennzahlen oder einer mathematischen Funktion, die die relative Partikelmenge (üblicherweise nach Masse oder Anzahl) einer bestimmten Größenklasse oder Kategorie beschreibt.

Während der Verarbeitung in Maschinen der additiven Fertigung nimmt die Partikelgrößenverteilung üblicherweise höhere (größere) Werte an, da kleine Partikel dazu neigen, von dem Inertgasfluss weggetragen und in Ultrafeinfiltern gefangen zu werden, Partikel zusammenschmelzen und größere Partikel bilden, und Reaktionen mit Umgebungsgasen zu Oberflächenschichten auf den Partikeln führen, die ihr Volumen und ihre Masse erhöhen.

Das Verarbeitungsverhalten (z. B. Fließverhalten, Verpackungsverhalten) eines bestimmten Pulvers wird durch die Breite, den Mittelwert und die oberen und unteren Grenzwerte der Partikelgrößenverteilung beeinflusst. Technische Pulverlose können bimodale oder multimodale Verteilungen enthalten (siehe Bild 1), mit signifikanten Veränderungen auf der Grundlage von Abweichungen von den geplanten Partikelgrößenverteilungen.



a) bimodal



b) multimodal

Legende

x Partikelgröße / μm

Bild 1 — Partikelgrößenverteilungsdiagramme

Die Partikelgrößenverteilung hat eine direkte Auswirkung auf die Verarbeitbarkeit des Pulvers. Eine Veränderung der Verteilung, die den Anteil feiner oder grober Partikel erhöht, wirkt sich auf die Flusseigenschaften und das Beschichtungsvermögen des Pulvers in der Strahlenschmelzmaschine. Darüber hinaus beeinflusst die Partikelgrößenverteilung auch die Dichte des Pulverbetts und somit sein Energieabsorptions- und Verteilungsverhalten.

Die folgenden Verfahren können verwendet werden, um die Partikelgrößenverteilung von Partikeln in Metallpulver zu bestimmen. Die letzteren Verfahren erfordern einen größeren Analyseaufwand.

ANMERKUNG Die aus den verschiedenen Verfahren erhaltenen Ergebnisse sind im Allgemeinen nicht direkt vergleichbar.

5.2.2 Dynamische Bildanalyse

Die dynamische Bildanalyse nach ISO 13322-2 ist ein Verfahren zur Charakterisierung von Partikeln durch die optische Analyse ihrer Schattenprojektionen. Durch die Erfassung eines Bilds des Partikels können verschiedene Partikelgrößen- und Partikelformparameter wie Durchmesser, maximale Länge, Rundheit oder Mindestbreite berechnet werden. Während der Analyse wird jede separate Messung entsprechend ihrer Größe einer Messklasse zugeordnet. Der obere und untere Grenzwert des Messbereichs wird durch die Kameraauflösung und die Vergrößerung bestimmt.

ANMERKUNG 1 Die Ergebnisse der dynamischen Bildanalyse hängen in hohem Maße von den Messparametern und Einstellungen der Bewertungsalgorithmen ab. Aus diesem Grund können mit von verschiedenen Herstellern hergestellten Messsystemen erheblich abweichende Ergebnisse erzielt werden.

Es muss beachtet werden, dass die Ergebnisse durch ein Volumen oder eine Zahl angegeben werden können.

ANMERKUNG 2 Mit diesen Arten von Analysesystemen ist es oftmals möglich, die Partikelgrößenverteilung und die Partikelmorphologie gleichzeitig zu analysieren, was Korrelationen zwischen der Morphologie und der Partikelgröße zulässt.

5.2.3 Laserbeugung

Die Laserbeugung nach ISO 13320 oder ASTM B 822 berechnet die Partikelgröße durch Messen der Lichtstreuung (Winkel, Intensität), die entsteht, wenn ein Laserstrahl eine dispergierte Pulverprobe durchdringt. Bei der Laserbeugung muss beachtet werden, dass die Partikelgrößenverteilung als volumen- oder zahlenbasierte Daten angegeben werden kann. Dieses Verfahren wird für Partikelgrößen von 0,1 µm bis 3 mm angewendet und sehr gut für Vergleichsmessungen geeignet. Bei unregelmäßig geformten Pulverpartikeln entspricht die Partikelgrößenverteilung beispielsweise dem Lichtstreuungsverhalten eines Volumens eines kugelförmigen Pulvers. Dementsprechend können die Ergebnisse von den durch Trockensieben oder Sedimentation erzielten Ergebnissen abweichen.

ANMERKUNG Die Ergebnisse der Laserbeugung hängen in hohem Maß von den Messparametern und Einstellungen der Bewertungsalgorithmen ab. Aus diesem Grund können mit von verschiedenen Herstellern hergestellten Messsystemen erheblich abweichende Ergebnisse erzielt werden.

Es muss beachtet werden, dass die Ergebnisse als Volumen oder Zahl angegeben werden können.

5.2.4 Trockensieben

Trockensieben nach ISO 4497 und ASTM B214 ist nur für Trockenpulver, das keine Bindemittel oder Hilfsstoffe enthält, geeignet. ISO 4497 empfiehlt nicht die Nutzung des Trockensiebens für unregelmäßige Pulverpartikel oder Pulver, in denen alle oder die meisten Partikel eine Korngröße von weniger als 45 µm haben.

5.2.5 Bilder durch Licht- oder Rasterelektronenmikroskopie (SEM, en: scanning electron microscopy)

Dieses Verfahren wird bereits in der Industrie und Forschung genutzt und kann synergistisch für die Analyse der Partikelmorphologie angewendet werden (siehe 5.7).

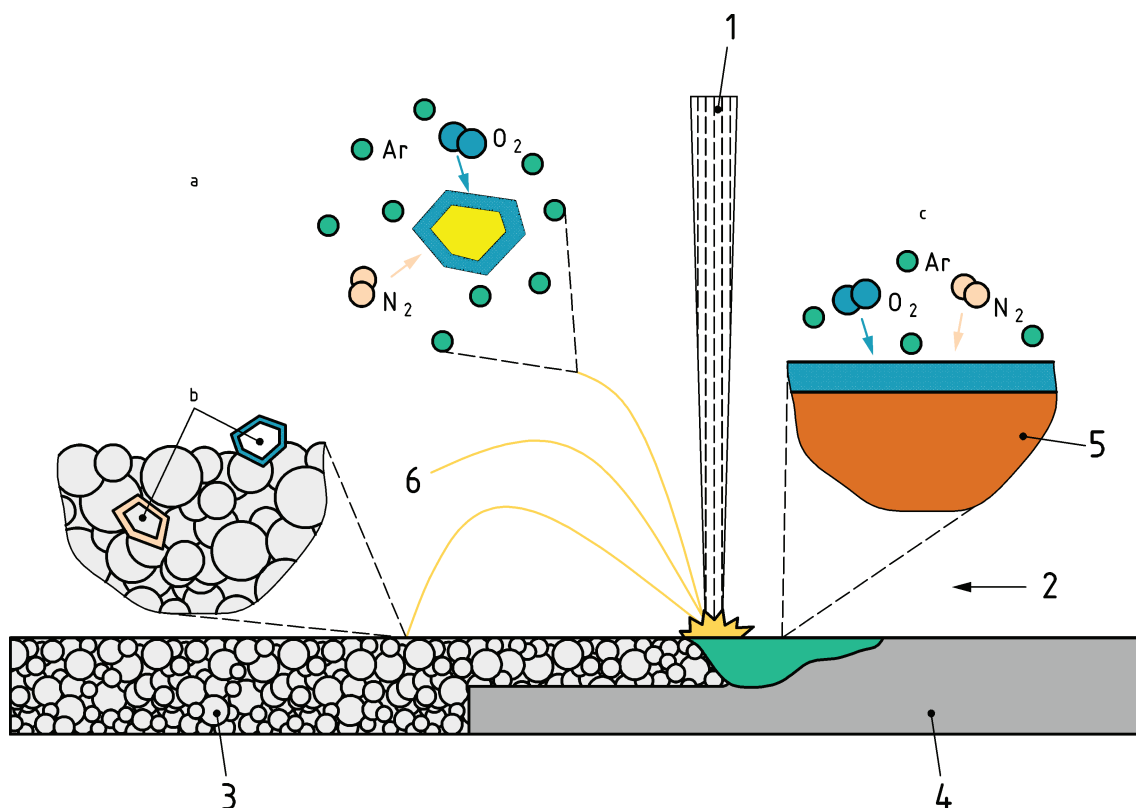
ANMERKUNG Die Anzahl der erfassten und anschließend durch Bildverarbeitungssoftware analysierten Partikel ist begrenzt und es besteht die Möglichkeit, dass sie nicht für die gesamte Pulverprobe repräsentativ ist.

5.3 Chemische Zusammensetzung

5.3.1 Allgemeines

Die chemische Zusammensetzung bezieht sich auf die relative Menge der Bestandteile eines Pulvers oder Schüttgutmaterials. Werte werden in Atomprozent (at%) oder Gewichtsprozent (wt%) angegeben. Materialeigenschaften sind direkt mit der chemischen Zusammensetzung verbunden.

In der Fertigungspraxis unterliegt die chemische Zusammensetzung von Metallpulver-Ausgangsmaterial Schwankungen aufgrund prozessbezogener Phänomene wie etwa der selektiven Verdampfung einzelner Legierungselemente, Reaktionen mit Umgebungsgasen (z. B. Sauerstoff, Stickstoff) und/oder Absorption von Schweißrauch und Schweißspritzern (siehe Bild 2).



Legende

- 1 Laserstrahl
- 2 Argonfluss
- 3 Pulverbett
- 4 Feststoff
- 5 Schmelzbad
- 6 Schweißspritzer

- a Schweißspritzer reagieren mit O₂ und N₂ zu Partikeln mit hohem O- und N-Partikelgehalt, die sich in dem Pulverbett absetzen.
- b Partikel mit hohem O- und N-Gehalt.
- c O₂ und N₂ in der Atmosphäre reagieren mit der Oberfläche des Schmelzbads.

Bild 2 — Verhalten von Schweißspritzern während des Aufbaus und Einfluss auf die chemische Zusammensetzung

Der Hersteller muss sicherstellen, dass die chemische Zusammensetzung die Grenzwerte der Pulverspezifikation in allen Nutzungsphasen einhält.

ANMERKUNG 1 Die Pulverspezifikation kann Anforderungen an die chemische Zusammensetzung enthalten, die von der konsolidierten Materialspezifikation abweichen, um Abgänge oder Zugänge von Elementen während des additiven Fertigungsprozesses (z. B. Überlegierung) auszugleichen.

Die Verfahren von 5.3.2 bis 5.3.6 dürfen angewendet werden, um die chemische Zusammensetzung der Pulverproben zu bestimmen.

ANMERKUNG 2 Siehe ISO/ASTM 52907 für weitere Einzelheiten.

5.3.2 Verbrennungsverfahren

Die Verbrennungsanalyse ist aktuell das beste verfügbare Verfahren für die Analyse der chemischen Elemente C, H, N und S. Nach dem ersten Wiegen wird die Probe katalytisch mit reinem Sauerstoff bei hohen Temperaturen (bis zu 1 800 °C in einer exothermen Reaktion) verbrannt. Die erzeugten Verbrennungsgase werden daraufhin in einem Trägergas (üblicherweise reines Helium) durch einen Kupfer- oder Wolframkontakt, der auf etwa 600 °C bis 900 °C erhitzt wird, transportiert. Stickstoffoxide (NOX), die in dem Gasstrom enthalten sind, werden vollständig zu molekularem Stickstoff (N₂) reduziert. Anschließend werden die definierten Verbrennungsgase (CO₂, H₂O, SO₂, N₂) in verschiedenen Trennsäulen oder durch Gaschromatographie getrennt und sukzessive einem Wärmeleitfähigkeitsdetektor zugeführt, wo sie quantifiziert werden.

Bei diesem Messverfahren können die Spitzen des Messsignals eindeutig den untersuchten Elementen zugewiesen werden. Die Analyse der Spitzenbereiche ermöglicht eine quantitative Bestimmung der einzelnen Elemente. Der jeweilige Massenanteil (in Prozent oder ppm) der Elemente C, H, N und S in der analysierten Probe kann unter Verwendung des bekannten Ausgangsgewichts präzise berechnet werden.

Die Trägergas-Wärmeextraktion ist ebenfalls ein Verbrennungsverfahren.

5.3.3 Flammen-AAS

Die Atomabsorptionsspektrometrie (AAS, en: atomic absorption spectrometry) ist ein Analyseverfahren, das die Absorption von Strahlung (Licht) durch freie Atome in der Gasphase misst.

Die Flammen-AAS (FAAS) ist das älteste Verfahren. Die Probenlösung wird in einen Brenner angesaugt, atomisiert und in der Flamme vaporisiert. Die Graphitofen-AAS (GFAAS), auch bekannt als elektrothermische AAS (ETAAS) ist ein vergleichbares Verfahren, bei dem die Probe in einem glühenden Graphitrohr atomisiert wird. Beide Prozesse sind universell anwendbar.

5.3.4 Röntgenfluoreszenzspektroskopie (XRF, en: X-ray fluorescence spectroscopy)

Die XRF, die auch als Röntgenfluoreszenzanalyse (XFA) bezeichnet wird, ist eines der am häufigsten angewendeten Verfahren für die quantitative und qualitative Analyse der Elemente in einer Probe, weil sie zerstörungsfrei ist und keine Lösungen oder Verdünner erfordert. Die Nachweisgrenze beträgt ungefähr ein Mikrogramm je Gramm (ppm).

5.3.5 Induktiv gekoppelte Plasma-Atom-Emissionsspektrometrie (ICP-OES, en: inductively coupled plasma optical emission spectrometry)

Dieses Verfahren wird für die quantitative und qualitative Elementanalyse von festen, flüssigen und gasförmigen Proben angewendet. Sie basiert auf dem Prinzip, dass erregte Atome elektromagnetische Strahlung in Wellenlängen aussenden, die für ein bestimmtes chemisches Element charakteristisch sind, und so Informationen über die Zusammensetzung der Probe liefern. Die Atome werden durch induktiv gekoppeltes Plasma (ICP) und die Umwandlung in den Plasmazustand erregt. Dieses Verfahren bietet die Möglichkeit, mehrere Elemente gleichzeitig zu analysieren. Bis zu 70 Elemente sind derzeit möglich.

5.3.6 Energiedispersive Röntgenspektroskopie (EDX, en: energy dispersive X-Ray spectroscopy)

Bei der energiedispersiven Röntgenspektroskopie (EDX) nach dem Prüfverfahren ASTM F 1375 werden die Atome in der Probe durch einen Elektronenstrahl erregt, der dazu führt, dass sie Röntgenstrahlen aussenden, die für jedes Element in der Probe charakteristisch sind. Diese Strahlung ermöglicht es, die elementare Zusammensetzung der Probe zu messen.

Es ist wichtig, zu beachten, dass die Analyse nur begrenzte quantitative Ergebnisse liefert, die unter Umständen nicht ausreichend präzise sein könnten.

ANMERKUNG 1 Die EDX-Analyse wird oftmals in Verbindung mit der Rasterelektronenmikroskopie (SEM) (siehe 5.2.5) angewendet.

ANMERKUNG 2 Die quantitative Analyse kann erheblich durch die Oxidschicht auf der Oberfläche beeinflusst werden und die gesamten Pulverpartikel möglicherweise nicht korrekt wiedergeben.

Bei diesem Verfahren wird nur ein Teil der Pulverpartikel und nicht die gesamte Probe analysiert. Diese Stichprobennahme ist unzureichend, insbesondere da die chemische Zusammensetzung der einzelnen Partikel variieren kann.

Für die Bestimmung spezifischer Elemente in vielen Materialien stehen Normprüfverfahren zur Verfügung. Beispielsweise: ASTM E 1409, ASTM E 1447, ASTM E 1941, ASTM E 2371, ASTM E 2792, ASTM E 539, ASTM E 572, ASTM E 2465, ASTM E 2594 und ASTM E 2626.

5.4 Charakteristische Dichten

5.4.1 Allgemeines

Die effektive Dichte eines Materials im festen Zustand wird als Verhältnis der Masse zu dem von dieser Masse eingenommenen Volumen definiert.

Füll- und Klopfdichte sind hilfreiche Pulvereigenschaften, die die Kontrolle verschiedener Pulverchargen bzw. unterschiedlicher Pulvermischungen aus Neupulver und gebrauchten Pulvern über die Zeit ermöglichen.

Füll- und Klopfdichten sind bei der Verarbeitung von Pulvern relevant, weil sie die Dichte des Pulverbetts nach dem Beschichtungsprozess und während des Aufbaus bestimmen, da aufgrund des Gewichts nachfolgender Pulverschichten eine Kompaktierung stattfindet.

5.4.2 Fülldichte

Die Fülldichte bezieht sich auf die Masse eines vorgegebenen Pulvervolumens, das freifließend ohne externe Presskräfte eingefüllt wurde.

5.4.3 Klopfdichte

Um die entsprechende Größe eines für die Klopfdichte verwendeten Messzylinders zu bestimmen, wird zunächst die Fülldichte gemessen.

Die Klopfdichte wird durch die Masse des Pulvers eines bestimmten Volumens nach dem Stampfen/Pressen für eine gegebene Anzahl an Stampfschritten oder bis keine weitere Kompaktierung/Veränderung des Volumens mehr stattfindet, bestimmt.

5.4.4 (Effektive) Skelettdichte

Messungen der Füll- und Klopfdichte sind keine effektiven Dichtemessverfahren, da Poren und Hohlräume zwischen den Partikeln zu dem Volumen beitragen. Darüber hinaus könnte mit Gas atomisiertes Pulver Einschlüsse des Atomisierungsgases in den einzelnen Pulverpartikeln enthalten. Während der Verarbeitung könnte das eingeschlossene Gas entweichen und Hohlräume oder Poren in der Mikrostruktur der hergestellten Kompo-

nente bilden, und die mechanischen Eigenschaften verschlechtern. Wenn das Material nicht porös ist, kann die effektive Dichte durch die Bewegung von Flüssigkeit, in der der Feststoff inert bleibt, gemessen werden. Die Genauigkeit dieses Verfahrens wird durch die Genauigkeit, mit der das Flüssigkeitsvolumen bestimmt werden kann, begrenzt.

Die Bestimmung der Skelettdichte durch Gaspyknometrie ergibt die effektive Dichte des Materials, da Hohlräume zwischen Partikeln während der Messung subtrahiert werden, und kann somit genutzt werden, um den Porositätsgrad zwischen Pulverpartikeln bei Vergleich mit den Nenndichtewerten für das ausgewählte Material zu bewerten.

ANMERKUNG Poren, Risse oder Spalten der Pulverpartikel werden von der bewegten Flüssigkeit möglicherweise nicht vollständig durchdrungen.

5.4.5 Packverhalten

Um das erwartete Packverhalten zu bewerten, können verschiedene Indizes und Verhältnisse berechnet werden. Tabelle 1 enthält weitere Informationen.

Tabelle 1 — Indizes, Verhältnisse und Verfahren für die Angabe des Packverhaltens

Parameter	Gleichung	Beschreibung der Prüfung
Carr-Index	$1 - \rho_b / \rho_{\text{tap}}$	Pulver wird in einem Behälter mit einer festen Anzahl von Stampfschritten gestampft.
Hausnerzahl	$Hr = \rho_{\text{tap}} / \rho_b$	ρ_b : Schüttdichte
Porosität zwischen Partikeln	$le = \rho_{\text{tap}} - \rho_b * \rho_b / \rho_{\text{tap}}$	ρ_{tap} : Dichte nach dem Stampfen
Volumen-dehnungsrate	$V_{\text{drum}} / V_{\text{tap}}$	V_{drum} : Pulvervolumen in dem Fass V_{tap} : Pulvervolumen in dem Behälter nach dem Stampfen

5.5 Bestimmung der Pulverdichte (geschlossene Porosität von Partikeln)

5.5.1 Allgemeines

Die geschlossene (innere) Porosität von Partikeln beeinflusst die Prozessstabilität, weil das Schmelzverhalten der hohlen Kugeln sich von dem massiver Kugeln unterscheidet. Die Bestimmung der Pulverdichte, d. h. die geschlossene Porosität der Partikel, ist ein Mittel zur indirekten Messung des Anteils der Hohlräume in Pulverpartikeln. Die folgenden Verfahren werden verwendet.

5.5.2 Gaspyknometrie

Gaspyknometrie ist ein Messverfahren, das auf der Bewegung von Gas in einem kalibrierten Gefäß (Pyknometer) basiert. Die Gaspyknometrie muss in Übereinstimmung mit ISO 12154 oder ASTM B 923 durchgeführt werden.

5.5.3 Metallographische Schliffe mit Porositätsanalyse

Pulverpartikel werden in ein Bindemittel eingebettet und dann geschliffen. Mithilfe einer Kamera werden Mikrographien aufgenommen und anschließend analysiert, um die Porosität von Pulverpartikeln zu bestimmen.

5.6 Füll- und Klopfdichte

5.6.1 Klopfdichte

Die Klopfdichte ist die Pulverfüllung, die durch Stampfen des Pulvers ohne zusätzlichen Druck, bis keine weitere Volumenänderung festgestellt wird, erreicht wird. Sie beschreibt die potenzielle Pressbarkeit eines Pulvers.

Die Klopfdichte wird mithilfe von volumetrischen Messverfahren nach ISO 3953 oder ASTM B 527 bestimmt.

5.6.2 Füllichte

Die Füllichte von Pulver ist das Verhältnis der Masse zum gemessenen Volumen und in hohem Maße von der Partikelform, den Lagerungsbedingungen und der Einwirkung äußerer mechanischer Kräfte abhängig. Die folgenden Verfahren werden zur Bestimmung der Füllichte angewendet:

- 1) Scott-Volumeter-Verfahren: ISO 3923-2 und ASTM B 329 beschreiben die Verwendung eines Scott-Volumeters, das besonders für nicht frei fließende Pulver geeignet ist.
- 2) Trichterverfahren: Das Trichterverfahren nach ISO 3923-1 oder ASTM B 212 und ASTM B 417 eignet sich für die Bestimmung der Füllichte metallischer Pulver.

5.7 Morphologie

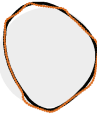
5.7.1 Allgemeines

Die Verarbeitbarkeit von Pulver, z. B. während des Rechen-/Beschichtungsschritts, wird erheblich durch die Partikelmorphologie beeinflusst. Üblicherweise werden kugelförmige Partikel gewünscht, weil sie das beste Flussverhalten aufweisen.

Die Partikelmorphologie wird durch die relativen Abmessungen der langen, Zwischen- und kurzen Achsen eines bestimmten Partikels festgelegt. Das Verhältnis zwischen dem Zwischen- und langen Durchmesser und das Verhältnis zwischen dem kurzen und Zwischendurchmesser wird verwendet, um die Formklasse festzulegen, siehe auch Tabelle 2.

Kleinere Partikel haften oftmals an größeren Partikeln und bilden sogenannte „Satelliten“. Diese können in neuem Pulver auftreten, nehmen aber üblicherweise mit sukzessiver Wiederverwendung des Pulvers zu. Satelliten treten während der Nutzung durch Verschmelzen von zwei oder mehr Partikeln auf und reduzieren sich in einigen Fällen, wenn die verschmolzenen Partikel zu zwei oder mehr einzelnen Partikeln aufbrechen (siehe Bild 3).

Tabelle 2 — Partikelform-Parameter

	Kugelförmig	Nodular	Dehnung	Nodular mit Satelliten
Partikel				
Äquivalente morphologische Parameter				
	— tatsächlicher Umfang	— Konvexer Hüllenumfang	— Äquivalenter runder Partikel	
Rundheit ^a	1	< 1	<< 1	< 1